

⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-129078

⑤Int.Cl.⁴
C 04 B 37/00識別記号
厅内整理番号
8317-4G

⑬公開 昭和63年(1988)6月1日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

④発明の名称 非酸化物セラミックスの接合方法

⑪特願 昭61-270918

⑫出願 昭61(1986)11月15日

⑬発明者 門井 喜三男 愛知県知多市大興寺字丹波脇30番地

⑭出願人 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

⑮代理人 弁理士 杉村 晓秀 外1名

明細書

1. 発明の名称 非酸化物セラミックスの接合方法

2. 特許請求の範囲

1. 接合すべきシリコンの非酸化物セラミックス部材間に、粘度5ボイズ以下に調整した金属シリコン粉末の懸濁液を流し込んだ後、これを窒素雰囲気中、前記金属シリコンが窒化する温度で焼成することを特徴とする非酸化物セラミックスの接合方法。

2. セラミックス部材が未焼成の成形品である特許請求の範囲第1項記載の非酸化物セラミックスの接合方法。

3. セラミックス部材が焼成品である特許請求の範囲第1項記載の非酸化物セラミックスの接合方法。

4. セラミックス部材間の断面形状が三角形状である特許請求の範囲第1項記載の非酸化物セラミックスの接合方法。

5. セラミックス部材間の断面形状が台形形状

である特許請求の範囲第1項記載の非酸化物セラミックスの接合方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はセラミックス部材間の接合に関し、特に非酸化物セラミックスの接合方法に関するものである。

(従来の技術)

炭化珪素、窒化珪素の非酸化物系セラミックスは、高温での強度、耐熱衝撃性、耐摩耗性、耐食性などの特性に優れるため、耐熱、耐摩耗部品としての応用分野でその使用が飛躍的に伸びている。これらの部品は、ラジアントチューブ、高温送風機羽根、溶湯ポンプ部品など大型複雑形状品が多く、一体成形が困難でセラミックス部材同志の接合の必要性が高かった。

従来この様な目的に使用する接合技術としては、セラミックス部材間に低融点酸化物を介在させ熱処理によりガラス化して一体化させる技術と、金属化合物を介在させ熱処理により溶融して一体化

させる技術が公知であった。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら上述した接合方法では、非酸化物系セラミックスはガラスや金属の溶融物により濡れ難いため充分な強度が得られ難く、また例え常温での強度が得られたとしても、1000℃以上の高温では急激に接合強度が低下する欠点があった。

また、特殊な接合技術として、セラミックス部材間になにも介在させないか又は反応地を介在させて、ホットプレス、HIPなどの装置を用いて高圧下で熱処理して一体化させる技術も公知であるが、大型複雑形状品への適用が困難である欠点があった。

本発明の目的は上述した問題点を解消して、高温強度が高くかつ大型複雑形状品への適用が可能な非酸化物セラミックスの接合方法を提供しようとするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明の非酸化物セラミックスの接合方法は、接合すべきシリコンの非酸化物セラミックス部材

間に、粘度5ボイズ以下に調整した金属シリコン粉末の懸濁液を流し込んだ後、これを窒素雰囲気中、前記金属シリコンが窒化する温度で焼成することを特徴とするものである。

(作用)

上述した構成において、接合すべき部材間に所定粘度の金属シリコン粉末の懸濁液を流し込み、窒化して接合することにより、高い高温強度を有する大型複雑形状品を得ることができる。

ここで、非酸化性セラミックス部材とは、 α -SiC、 β -SiC、 α -Si₃N₄、 β -Si₃N₄、Si₂ON₂、金属シリコンなどよりなる未焼成の成形品又は焼成品を意味する。焼成品とは常圧焼結品、反応焼結品、ホットプレス品又はHIP品等を示し、高密度化する前段階である中間温度焼成品をも含む。また、金属シリコン粉末とは粒度0.1～150μm、平均粒径1～30μmであり、接合すべきセラミックス部材の两者と反応し、两者を強固に接合する作用を有する粉末を意味する。粒度が0.1～150μmであると好ましいのは、粒度が粗いとスラリー中で

の粒子が沈降しシリコンと水とが分離するとともに、粒子間に空隙が残り結合強度が低下するためである。なお、0.1μm以下のものは、接合部の乾燥時に微細のクラックが入り易く強度低下の原因になる。また粉碎に時間がかかりコストアップするため好ましくない。

焼成雰囲気を窒素圧1気圧で、常温から金属シリコンが溶融しない温度(約1400℃)の間で少くとも金属シリコンを窒化させることにより、接合強度にすぐれたものが得られる。

懸濁液としては、金属シリコン粉末100重量部に窒化助剤0.5～5.0重量部、H₂O 20～70重量部と解膠剤0.1～0.5重量部を加えて、5～20時間ポットミル又は攪拌機で混合した液を使用すると好適である。懸濁液を部材間に流し込む方法としては、直接懸濁液を流し込む方法、ハケで懸濁液を塗布する方法および噴霧器で懸濁液を吹きつける方法があるが、部材間の空隙部をなくすためには直接懸濁液を流し込む方法が好ましい。またこの場合、焼成品より未焼成品の方が吸水性が良い

ので、未焼成品を接合する場合には、接合面に水を塗布して表面に水の膜を作つてやることが好ましい。

懸濁液の粘度を5ボイズ以下としたのは、5ボイズ以上の場合はセラミックスの接合部材が吸水性が高いので接合面と懸濁液との濡れ性が悪化し、空隙部が発生して強度が低下するためである。なお、懸濁液の粘度は、焼成品では0.3～5ボイズ、未焼成品では0.5ボイズ以下が好ましい。

セラミック部材間の断面形状を三角形状、台形状とすると、シリコンの懸濁液を流し込み易くなるとともに流し込み時に巻き込んだエアを抜け易くし、接合部に気泡が残留することによる欠陥をなくすことができる。また、流し込んだ後セラミックス部材と金属シリコン粉末懸濁液との接触面積を大きくして、接合部断面積当りにかかる力を緩和することもできる。この場合、断面の三角形及び台形の接合部材間の角度としては、両方に切り込みを入れる場合には15°～120°、また一方にのみ切込みを入れる場合には、15°～60°

の場合に最も効果を發揮する。

(実施例)

以下、実際の例について説明する。

まず、接合すべき非酸化性セラミックス材料として、SiC の焼成品および未焼成品、Si₃N₄ の焼成品および未焼成品、Si の焼成品および未焼成品を準備した。次に、金属シリコン粉末100 重量部に対してフッ化カルシウム1.5 重量部、H₂O 52.0 重量部およびモノエタノールアミン0.3 重量部を10時間ポットミルで混合して、粘度を更に水分添加により調節した5ボイズ以下の本発明用の懸濁液と5ボイズ以上の比較例用の懸濁液とを準備した。接合すべき板状またはセラミックス部材を動かないように固定してその後、得られた懸濁液を部材間の角度を60°に切り込んだセラミックス部材間に直接流し込み、20分間そのまま放置して接合体を得た。すなわち、第1図(a)、(b)に示すような接合すべき板状または円筒状のセラミックス部材A、B間に懸濁液を流し込んで断面三角形状の中間部材Cを形成した実施例および比較例、第2

図に示す接合すべき板状のセラミックス部材Aと円筒状のセラミックス部材Bとの間に懸濁液を流し込んで断面が三角形状の中間部材Cを形成した実施例および比較例、第3図(a)、(b)に示すような接合すべき板状または円筒状のセラミックス部材A、B間に懸濁液を流し込んで断面台形形状の中間部材Cを形成した実施例および比較例を得た。

得られた焼成品および未焼成品の接合体に対し0°Cから1000°C迄を50°C/hr、1000~1400°C迄を3°C/hrで昇温、さらに1400°Cで30時間保持焼成して試験片を得た。この試験片から、接合部が中央に来るようしたJIS R1601に基くサンプルを作成し1300°Cで4点曲げ抗折試験を実施して、高温強度を測定した。結果を第1表に示す。

第1表

| 材質 | 焼成品 | 未焼成品 | SiC | | | Si ₃ N ₄ | | | 焼成品 | | | 未焼成品 | | | Si | | | | | |
|------|---------------------------------|------|-----|-----|-----|--------------------------------|----|----|-----|----|----|------|----|----|----|----|----|----|----|----|
| | | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
| 断面形状 | 三角A | 三角B | 11 | 10 | 10 | 15 | 14 | 14 | 12 | 11 | 11 | 25 | 23 | 23 | 12 | 11 | 11 | 28 | 25 | 25 |
| | 三角A | 三角B | 0.2 | 2.0 | 13 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 13 | 13 | 13 | 16 | 15 | 15 | 14 | 14 | 19 |
| | 粘度 (kg/m ²) | | | | 5.0 | 12 | 11 | 11 | 10 | 9 | 9 | 8 | 8 | 10 | 9 | 9 | 10 | 9 | 9 | 9 |
| | 4点曲げ強度 (kg/mm ²) | | | | | 7.0 | 3 | 2 | 2 | 3 | 2 | 2 | 4 | 3 | 3 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |

注) 三角A、台形及び三角Bの断面形状は、それぞれ第1図(a)、第1図(b)、第2図に記載したものである。

第1表の結果から、本発明の所定粘度の懸濁液を使用した接合体は高温で高い曲げ強さを示すことがわかった。

本発明は上述した実施例にのみ限定されるものではなく、幾多の変形、変更が可能である。例えば上述した実施例における懸濁液としては窒化剤としてフッ化カルシウムを使用した例を示したが、他の助剤を使うことも可能である。また粘性の調整剤として必要に応じてメトロース、マクセル、PVA 等をさらに添加することもできる。

(発明の効果)

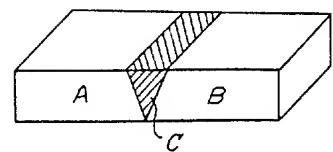
以上詳細に説明したところから明らかのように、本発明の非酸化物セラミックスの接合方法によれば、接合すべき部材間に所定粘度の金属シリコン粉末の懸濁液を流し込み窒化して接合しているため、高い高温強度を達成できるとともに、その接合上使用する装置等の制約を受けないため大型複雑形状品を接合により得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

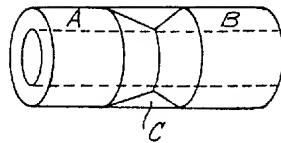
第1図(a)、(b)、第2図、第3図(a)、(b)は、それ

それ本発明の接合方法の一例を説明するための線図である。

第1図 (a)



(b)

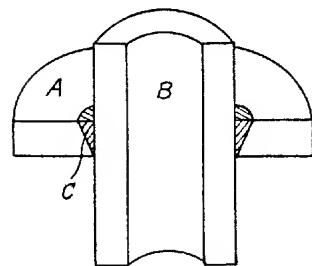


特許出願人 日本碍子株式会社

代理人弁理士 杉村暁秀 

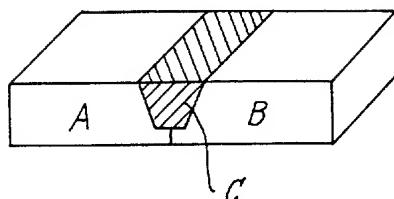
同弁理士 杉村興作 

第2図

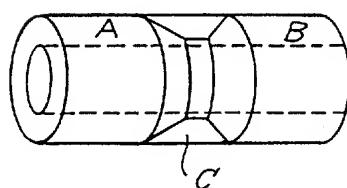


第3図

(a)



(b)



DERWENT-ACC-NO: 1988-193005

DERWENT-WEEK: 198828

COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Joining non-oxide ceramics by pouring suspension of metal silicon powder of specified viscosity, between non-oxide silicon ceramic parts, and burning in nitrogen

PATENT-ASSIGNEE: NGK INSULATORS LTD [NIGA]

PRIORITY-DATA: 1986JP-270918 (November 15, 1986)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE |
|---------------|-----------------|-----------------|
| JP 63129078 A | June 1, 1988 | JA |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL- DESCRIPTOR | APPL-NO | APPL-DATE |
|-----------------|-----------------------------|-------------------|----------------------|
| JP 63129078A | N/A | 1986JP- 270918 | November 15, 1986 |

INT-CL-CURRENT:

| TYPE | IPC DATE |
|-------------|--------------------|
| CIPP | C04B37/00 20060101 |

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63129078 A

BASIC-ABSTRACT:

Non-oxide ceramics are joined by (a) pouring suspension of metal Si powder which has its viscosity adjusted to 5 poise or less, between non-oxide Si ceramic parts to be joined; and (b) burning it in N₂ atmos. at temp. the metal Si is nitrided. The ceramic parts are unburnt compact. or burnt compact.

USE - The method is used for non-oxide ceramics such as Si-carbide and Si-nitride one which are used for radiant tubes, banes of high-temp. blowers, molten metal pumps. High-temp. strength bond can be obtd., and large and intricate prods. can be joined without restricting the appts used for joining.

TITLE-TERMS: JOIN NON OXIDE CERAMIC POUR
SUSPENSION METAL SILICON POWDER
SPECIFIED VISCOSITY PART BURN
NITROGEN

DERWENT-CLASS: L02

CPI-CODES: L02-H; L02-J02C;

**UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-
NUMBERS:** ; 1666U ; 1738U

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 1988-086040